

CDU
669.3:620.179.III.5:620.
194.2

COVENIN
1253-79

MINISTERIO DE FOMENTO



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES

NORMA VENEZOLANA
COBRE Y SUS ALEACIONES.
METODO DEL NITRATO
MERCURIOSO PARA DETECTAR
TENSIONES RESIDUALES

CDU

669.3:620.179.111.5:620.

194.2

COVENIN

1253-79

NORMA VENEZOLANA
COBRE Y SUS ALEACIONES
METODO DEL NITRATO MERCURIOSO PARA DETECU
TAR TENSIONES RESIDUALES

TRAMITE:

COMITE TECNICO: CT8 MATERIALES METALICOS NO FERROSOS
PRESIDENTE : Dr. RAFAEL RODRIGUEZ
SECRETARIO : ING. DIMAS CHACON
SUBCOMITE : SC2 COBRE Y SUS ALEACIONES
COORDINADOR : ING. DIMAS CHACON

P A R T I C I P A N T E S

E N T I D A D

R E P R E S E N T A N T E S

ACCEVENCA	ING. ORLANDO VILLALOBOS
ALCAVE	ING. LUIS MADRIGAL
FRAPCA	ING. LUIS ARTEAGA
HARPER WYMAN DE VENEZUELA	Sr. GONZALO E. SILVA
METALEX	ING. ROLANDO ALANIS
INAF	ING. LUIS ZURITA
INFRA	ING. ROBERTO MANCIN
VENGRIF	ING. MIGUEL VELUTINI
FAVENPA	ING. WILLIAMS PAZ CASTILLO

FECHA DE ENVIO A DISCUSION PUBLICA: 15 de Julio de 1977.
FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 2 de Abril de 1979.
FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 12 de Junio de 1979.

COBRE Y SUS ALEACIONES
METODO DE ENSAYO DE NITRATO MERCURIOSO
PARA DETECTAR TENSIONES RESIDUALES

COVENIN
1253-79

I N D I C E

	Pág.
1 ALCANCE	1
2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR	1
3 TERMINOLOGIA Y DEFINICIONES	1
3.1 Rotura por tensión y corrosión	1
3.2 Tensión aplicada	1
3.3 Tensión residual	1
4 EQUIPO DE ENSAYO	1
4.1 Aparatos	1
4.1.1 Equipo de aumento	1
4.2 Reactivos	2
4.2.1 Solución acuosa de nitrato mercurioso	2 - 3
TABLA I	4
5 MATERIAL A ENSAYAR	5
6 PROCEDIMIENTO	5
7 INFORME	6
8 RELACION CON OTRAS NORMAS	6
APENDICE	7

NORMA VENEZOLANA
COBRE Y SUS ALEACIONES
METODO DE ENSAYO DE NITRATO
MERCURIOSO PARA DETECTAR
TENSIONES RESIDUALES.

COVENIN
1253-79

1 ALCANCE

Esta norma contempla el método de ensayo de nitrato mercurioso (HgNO_3) sobre cobre comercial trabajado mecánicamente y moldeado, o productos a base de aleaciones de cobre, permitiendo detectar la presencia de tensiones residuales (internas) que puedan ocasionar la falla del material en servicio o almacenado, debido a fisuras por efectos de corrosión y tensión.

2 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

Esta norma es completa.

3 TERMINOLOGIA Y DEFINICIONES

3.1 ROTURA POR TENSION Y CORROSION

Es la falla espontánea de los metales por rotura bajo la acción combinada de corrosión y tensiones residuales o aplicadas.

3.2 TENSION APLICADA

Es el esfuerzo al que se somete un cuerpo y que perdura durante la aplicación de una fuerza externa.

3.3 TENSION RESIDUAL

Es el esfuerzo que perdura dentro de un cuerpo como resultado de deformación plástica o moldeado.

4 EQUIPO DE ENSAYO

4.1 APARATOS

4.1.1 Equipo de aumento

Este deberá proporcionar un aumento de 10 X a 18 X (diámetros).

4.2 REACTIVOS

4.2.1 Solución acuosa de nitrato mercurioso

Esta debe contener 10 g de nitrato mercurioso (HgNO_3) y 10 ml de ácido nítrico (HNO_3), de gravedad específica (ge) $1,41 \pm 0,01$; por litro de solución.

Esta solución puede prepararse a partir de cualquiera de los dos procedimientos siguientes:

a) Primer procedimiento:

Se disuelven 11,4 g de nitrato mercurioso dihidratado ($\text{HgNO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) o 10,7 g de nitrato mercurioso monohidratado ($\text{HgNO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en aproximadamente 40 ml de agua destilada acidificada con 10 ml de ácido nítrico (HNO_3), de gravedad específica (ge) $1,41 \pm 0,01$. Una vez que los cristales estén disueltos totalmente se diluye la solución con agua destilada hasta completar 1 litro.

NOTA 1: Los cristales de nitrato mercurioso se pueden obtener en forma mono y dihidratada y se debe manejar con precaución debido a sus efectos altamente tóxicos. El hecho de usarse mayor cantidad de $\text{HgNO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ó $\text{HgNO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ que la requerida de HgNO_3 , es debido a la presencia del agua de cristalización.

Los cristales de nitrato mercurioso son fotosensibles y cuando se tornan amarillos son difíciles de disolver.

b) Segundo procedimiento:

Se disuelven 76 g de mercurio (Hg) en 114 ml de HNO_3 diluido (una parte de agua por otra de HNO_3 ; ge = $1,41 \pm 0,01$). Se diluye esta solución cuidadosamente con agua destilada hasta completar un litro. Esta operación proporciona una concentración de 100 g de HgNO_3 por litro de solución y un exceso de 30 ml de HNO_3 sobre el requerido. Se agrega agua destilada en cantidades pequeñas mientras se agita para prevenir una sobredilución. Esta dilución gradual, junto con el ácido en exceso, previene la precipitación de sales básicas de mercurio.

Se diluyen 100 ml de esta solución (10%) con 7 ml de HNO_3 ($g_e = 1,41 \pm 0,01$) y se completa a un litro con agua destilada.

NOTA 2: Si se usa calentamiento en cualquiera de estos procedimientos para facilitar la disolución, se debe tener mucho cuidado para evitar las pérdidas de HNO_3 .

Recuperación de la solución usada. La solución utilizada durante el ensayo se puede rehusar, llevando la concentración de nitrato mercurioso nuevamente al 1%, para esto se procede en la forma siguiente:

- a) Se toman $50,0 \pm 0,1$ ml de la solución de nitrato mercurioso.
- b) Se transfiere la solución a un matraz y se agregan 10 ml de HNO_3 (1:1).
- c) Se agrega lentamente una solución de permanganato de potasio (KMnO_4) al 1% desde una bureta agitando continuamente el matraz, hasta que haya un exceso que se aprecia por el color rosado que persiste por varios minutos.
- d) Se añaden cristales de sulfato ferroso (FeSO_4) hasta que la solución se aclare al agitar.
- e) Se procede a titular la solución obtenida con sulfocianuro de potasio (KCNS) 0,1 N hasta la aparición de un color marrón rojizo.
- f) Se repite este procedimiento con 50 ml de una solución patrón de HgNO_3 (1%).
- g) La relación R (Ver Tabla I), del número de milímetros de KCNS requeridos para titular la solución utilizada, al número de milímetros requeridos para titular la solución patrón, determina el número de mililitros X (Ver Tabla I), de HgNO_3 al 1% en solución de HNO_3 al 3% requeridos para recuperar 1 litro de solución utilizada.

TABLA I

Reajuste de la concentración de la solución gastada $X = 111,1(1-R)$

Donde:

R = Fracción de mercurio remanente en solución (Determinado por titulación).

X = Número de mililitros de solución de nitrato mercurioso (10%) a ser agregada a 1 litro de solución utilizada para elevar la concentración de nitrato mercurioso a 1%.

R	X	R	X
0,10	100,0	0,56	48,9
0,12	97,8	0,58	46,7
0,14	95,5	0,60	44,4
0,16	93,3	0,62	42,2
0,18	91,1	0,64	40,0
0,20	88,9	0,66	37,8
0,22	86,7	0,68	35,6
0,24	84,4	0,70	33,3
0,26	82,2	0,72	31,1
0,28	80,0	0,74	28,9
0,30	77,8	0,76	26,7
0,32	75,5	0,78	24,4
0,34	73,3	0,80	22,2
0,36	71,1	0,82	20,0
0,38	68,9	0,84	17,8
0,40	66,7	0,86	15,6
0,42	64,4	0,88	13,3
0,44	62,2	0,90	11,1
0,46	60,0	0,92	8,9
0,48	57,8	0,94	6,8
0,50	55,6	0,96	4,4
0,52	53,3	0,98	2,2
0,54	51,1		

5 MATERIAL A ENSAYAR

El material a ensayar consiste en una muestra de varilla, alambre o tubo con una longitud mínima de 15 cm o el doble del diámetro.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Se limpia la grasa de la muestra en una solución alcalina adecuada en un solvente orgánico. Si es necesario sumerja la muestra totalmente en una solución acuosa de ácido (H_2SO_4) al 15% en volumen a $80^{\circ}C$ durante 1 ó 2 minutos o ácido nítrico (HNO_3) al 40% en volumen a temperatura ambiente por un período de que no exceda los 30 seg., hasta que todos los óxidos sea removidos de su superficie.

Se saca la muestra de la solución desoxidante y se lava inmediatamente en agua. Se elimina el exceso de agua de la muestra y se sumerge totalmente en la solución de nitrato mercurioso a temperatura ambiente preparada de acuerdo con la sección 4.2.1 se debe de usar como mínimo 1,55 ml de solución de nitrato mercurioso por cada centímetro cuadrado de superficie expuesta de la muestra de ensayo.

6.2 Después de 30 minutos se saca la muestra de la solución de nitrato mercurioso y se lava con agua. Se limpia cualquier exceso de mercurio de la superficie de la muestra. Se examina inmediatamente en busca de fisuras, a menos que se especifique una limitación de tiempo en el producto. En caso de duda concerniente a la presencia de fisuras, se volatiliza (Ver Nota 3) el mercurio de la superficie de la muestra, aplicando calor sobre una lámina caliente o en una estufa. Entonces se examina la muestra en busca de fisuras con equipo de aumento adecuado.

6.3 No se debe volver a utilizar la solución a menos que su concentración se haya reajustado al 1% de acuerdo con el procedimiento en la sección 4.2.1.

NOTA 3:

Precaución: El mercurio perjudica la salud y por consiguiente se recomienda equipo para la detección y remoción de vapores de mercurio producidos en la volatilización. El uso de guantes de goma en el ensayo de mercurio es recomendable.

7 INFORME

De acuerdo al resultado arrojado por el ensayo se reportará lo siguiente:

El material analizado presenta fisuras o el material analizado no presenta fisuras, comprobándose la existencia o no de tensiones residuales.

8 RELACION CON OTRAS NORMAS

ASTM B 154-73	Mercurous Nitrate Test for Copper and Copper Alloys.
IRAM 733-64	Método de ensayo con nitrato mercurioso.

APENDICE

Sugerencias para la disposición final del Nitrato mercurioso como material de desecho

- a) A las soluciones de Nitrato Mercurioso añada hidróxido de sodio (NaOH) hasta obtener un pH de 10 a 11.
- b) Filtre el mercurio precipitado y otros metales pesados.
- c) Aunque el filtrado sea bajo en mercurio libre o en iones mercuriosos, debe ser tratado antes de desecharse.
- d) A cada litro de filtrado, añada dos gotas (0,1 ml) de sulfuro de amonio (NH_4S) al 24%.
- e) Después de la segunda filtrada, el filtrado puede ser desechado.
- f) Los precipitados deben ser recogidos y almacenados con el mercurio contaminado de los ensayos para venderlos a las recuperadoras de metal.



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Edif. Fundación La Salle, 5° piso, Av. Boyacá (Cota Mil)
CARACAS

publicación de:

IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN



FONDONORMA